



Pengaruh Penambahan MgO dan SiO₂ Serta Suhu Sintering Terhadap Sifat Fisis dan Mekanis Komposit Keramik α -Alumina

Jarot Raharjo^{1*} dan Sri Rahayu¹

¹Pusat Teknologi Material, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi, Gedung 224 Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan – Banten 15314

*E-mail: jarot.raharjo@bppt.go.id

Abstract

High mechanical properties of Alumina ceramic composites for armor materials have been developed using the additives SiO₂ and MgO. The percentage of additive MgO were 0,8 wt.%; 1 wt.%; 1,2 wt.% and the percentage of SiO₂ was 1 wt.% in each composition of MgO. Various temperature sintering used in this research were 1500, 1550, and 1600°C. The powders were prepared by using wet milling method and ethanol used as a solution in a planetary ball mill. The green body was pressed at 12 metric ton of pressure. The shrinkage, density, porosity, hardness and fracture toughness of the sintered pellets were measured, and the microstructure of fractures pellets was observed by SEM. This research found that the optimum parameter obtained by adding SiO₂ and MgO at sintering temperature 1600°C.

Keywords: Alumina Composite, SiO₂, MgO, Hardness, Density, Porosity, Fracture Toughness.

Pendahuluan

Alumina (Al₂O₃) merupakan salah satu keramik oksida yang sangat luas penggunaannya seperti pada komponen mesin, refraktori, pemotong, biokeramik serta bahan dielektrik. Gaya pengikatan interatomiknya, sebagian ionik dan sebagian kovalen, sangat kuat dan struktur kristal alumina secara fisis tetap stabil hingga temperatur 1500 – 1700 °C (Smallman, 2000). Alumina memiliki kekerasan yang tinggi, tahan terhadap korosi, memiliki titik leleh yang cukup tinggi, memiliki konduktivitas termal yang rendah dan tahan terhadap suhu tinggi. Dengan sifat mekanik yang tinggi tersebut tidak heran jika keramik alumina mampu menahan proyektil berkecepatan tinggi berbahan dasar baja, timah maupun tungsten karbida. (Medvedovski, 2006; Johan, 2009). Untuk mendapatkan sifat alumina yang diinginkan beberapa cara dilakukan seperti contohnya penambahan aditif dan modifikasi mikrostruktur.

Keramik alumina yang dikenal memiliki pertumbuhan butiran yang tidak normal pada suhu tinggi, dimana pertumbuhan ini akan menyebabkan adanya butiran mikrostruktur yang tidak seragam dapat menurunkan kualitas dari keramik alumina tersebut. Beberapa bahan aditif seperti MgO dan SiO₂ ditambahkan untuk menahan pertumbuhan butiran yang tidak normal tersebut. Aditif MgO dapat ditambahkan untuk menahan laju pertumbuhan butiran tak normal tersebut, penahanan tersebut terjadi dikarenakan MgO dalam bentuk larutan padat mengalami segregasi sepanjang daerah batas butir keramik Al₂O₃. Hal tersebut dapat menurunkan mobilitas batas butir dan juga menghambat pertumbuhan butir (Akbar et al., 2005). Penambahan SiO₂ pada keramik alumina dapat membentuk fasa cair sehingga memungkinkan perbaikan densifikasi pada keramik alumina (Nicolas et al., 2007). Namun penambahan SiO₂ berlebih dapat berdampak pada penurunan dari kekuatan mekanis pada keramik alumina. Dengan penambahan aditif tersebut diharapkan keramik alumina yang dihasilkan dapat memiliki sifat mekanis yang optimum.

Penelitian kali ini dilakukan untuk menjembatani permasalahan tersebut, dimana alumina teknis digunakan sebagai bahan baku keramik armor, MgO dan SiO₂ ditambahkan untuk mengontrol mikrostruktur dan meningkatkan kerapatan keramik alumina. Proses fabrikasi yang digunakan pada penelitian kali ini adalah proses *pressureless sintering/ cold press*, sedangkan variasi suhu *sinter* dan jumlah yang ditambahkan MgO dilakukan guna mencari hasil yang paling optimum. Perhitungan penyusutan, pengujian kekerasan, *fracture toughness*, pengujian densitas, pengujian porositas dan analisis mikrostruktur dilakukan pada percobaan kali ini.



Metodologi

Pada penelitian ini bahan baku yang digunakan merupakan bahan teknis, adapun bahan-bahan yang digunakan adalah α -Al₂O₃ dengan serbuk MgO dan SiO₂ yang ditambahkan sebagai bahan aditif. Larutan Poly Vinyl Alcohol (PVA) dan Poly Etylen Glycol (PEG) ditambahkan kedalam campuran serbuk sebagai binder dan pelumas. Aditif magnesium oksida (MgO) yang ditambahkan bervariasi mulai dari 0,8 wt%, 1 wt% dan 1,2 wt% sedangkan untuk jumlah aditif silikon dioksida (SiO₂) yang ditambahkan adalah 1 wt%. Ketiga bahan baku tersebut dicampur dengan metoda *wet mixing* selama 8 jam dan kecepatan 100 rpm dengan menggunakan *ball milling*. Campuran tersebut kemudian dikeringkan dan digerus menggunakan mortar. Campuran serbuk tersebut kemudian dicampur dengan PVA – PEG dengan jumlah tertentu, setelah itu dicetak dengan metoda *cold press* pada tekanan 12 metric ton. Sampel yang telah siap kemudian di *sintering* dengan variasi suhu sintering 1500, 1550 dan 1600 °C.

Pengujian densitas dan porositas mengacu pada hukum Archimedes. Sedangkan Uji kekerasan *Vickers* mengacu kepada ASTM C1327 menggunakan alat *Microhardness Struers DuraScan-10*. *Fracture toughness* (K_{IC}) didapatkan dari teknik indentasi dengan beban 10 kg dan dihitung berdasarkan formula sebagai berikut:

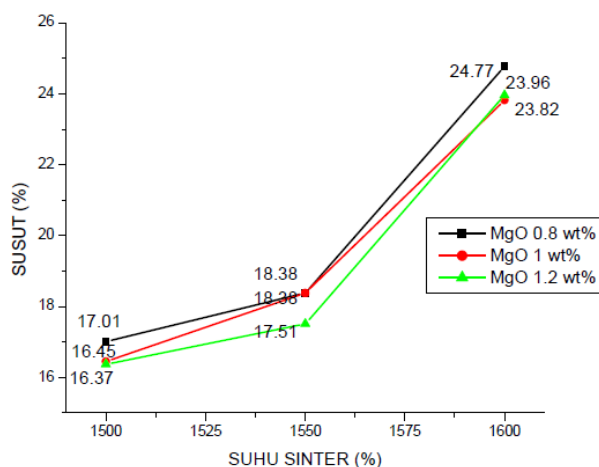
$$K_{IC} = 0.941 P_c^{-\frac{1}{2}} (MPa m^{\frac{1}{2}}) \quad (1)$$

Dimana P merupakan beban indentasi (N) dan c merupakan panjang retakan (m) yang diukur menggunakan mikroskop optik. Pengamatan mikrostruktur diteliti menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM) JEOL.

Hasil dan Pembahasan

Hasil dari perhitungan presentase selisih antara volume sebelum dan sesudah proses *sintering* dapat dilihat pada gambar 1, presentase ini menunjukkan penyusutan yang terjadi pada sampel selama proses *sintering* sebagai akibat dari pepadatan dan pelepasan *binder*. Dilihat dari gambar 1 penyusutan yang terjadi semakin lama semakin tinggi dengan bertambahnya suhu *sintering*. Penyusutan yang semakin besar menandakan semakin padatnya sampel yang telah mengalami *sintering*.

Pada suhu 1500°C, proses *sintering* memasuki tahapan awal yaitu proses pembesaran ukuran butir, pembesaran yang dialami oleh butir – butir belum mencapai tahapan yang signifikan dalam meningkatkan kepadatan sampel. Energi yang dibutuhkan untuk memicu pergerakan antar butiran juga masih terlalu rendah sehingga penyusutan yang masih kecil. Pada suhu sintering 1600°C, penyusutan meningkat dengan signifikan dari suhu *sintering* sebelumnya. hal ini menandakan proses *sintering* berhasil mencapai tahapan yang lebih maju dibandingkan suhu *sintering* sebelumnya. perbesaran butir dan pergerakan butir dalam mencapai kestabilan telah tercapai, penyusutan maksimal yang terjadi pada penelitian ini dicapai pada suhu 1600°C, yakni sebesar 24,77% untuk Komposisi 1. Dari hasil memperlihatkan bahwa pada suhu ini, nilai penyusutan terbesar terjadi pada Komposisi 1. Hal tersebut menandakan bahwa proses pepadatan paling optimum terjadi pada suhu ini dan akan menghasilkan kepadatan yang lebih tinggi.

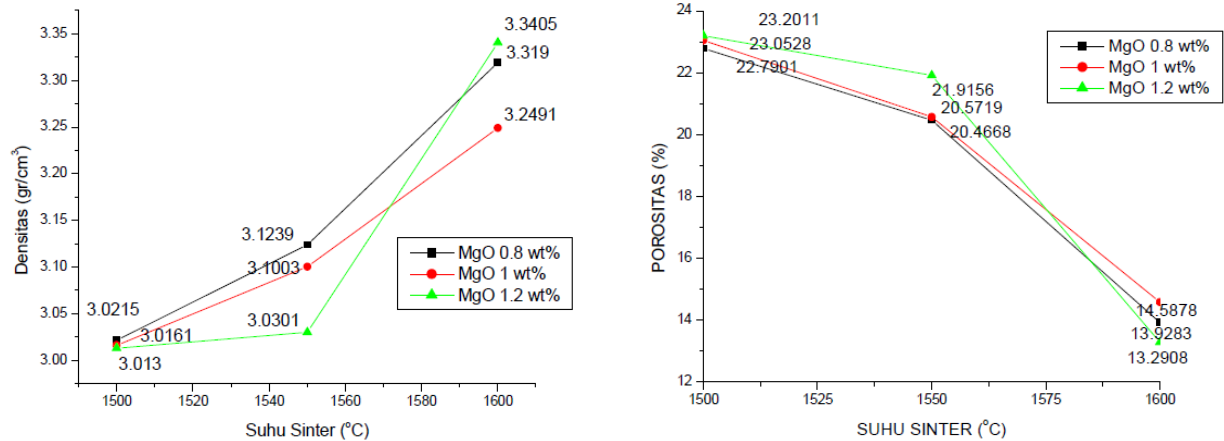


Gambar 1. Hubungan suhu sinter terhadap susut volume

Pengukuran densitas dan porositas yang dilakukan mengacu pada ASTM 373. Adapun hasil dari pengujian yang dilakukan terlihat pada gambar 2. Pada gambar tersebut terlihat bahwa dengan bertambahnya suhu *sintering* maka densitas semakin meningkat dan porositas yang terdapat pada sampel semakin menurun, dengan menurunnya nilai porositas pada suatu sampel maka sampel tersebut akan semakin padat. Hal tersebut memperlihatkan bahwa pada rentang suhu 1500 – 1550 °C mekanisme awal proses sintering telah berjalan. Namun Pada suhu 1600 °C terjadi perubahan densitas yang cukup signifikan, hal tersebut mengindikasikan telah terjadinya proses akhir *sintering*. Penambahan aditif MgO yang menyebabkan peningkatan kerapatan dan penurunan porositas yang terjadi pada

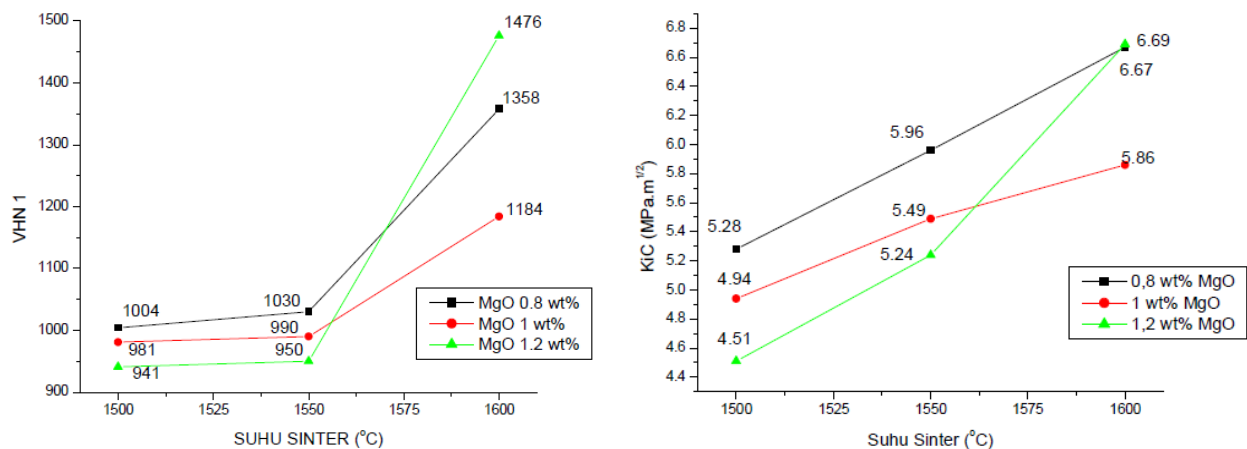
sampel keramik, peningkatan kerapatan terjadi karena adanya magnesia pada batas butir yang mengurangi mobilitas batas butir, magnesia juga dapat meningkatkan energi batas butir dan meningkatkan difusi permukaan Al_2O_3 akibatnya mobilitas pori yang terjebak di dalam butir meningkat dan dapat berpindah. (Santiani, 2002; Ramlan, 2010).

Komposisi 2 (1 wt% MgO dan 1 wt% SiO_2) pada suhu $1600^\circ C$ memiliki kepadatan yang paling rendah dibandingkan kedua komposisi yang lain. Hal itu mungkin saja terjadi karena fasa gelas yang terjadi lebih banyak dibandingkan dengan komposisi yang lain. Adapun kemungkinan fasa gelas yang terjadi adalah *mullite* dan *spinel* yang memiliki nilai kerapatan yang rendah (3.2 g/cm^3 dan 3.58 g/cm^3). (Medvedovski, 2006; Mollá, 1996)



Gambar 2. Grafik densitas dan porositas

Gambar 3. Memperlihatkan grafik kekerasan dan nilai *fracture toughness* dari gambar tersebut terlihat bahwa semakin tinggi suhu *sintering* maka nilai kekerasan dan *fracture toughness* akan semakin tinggi. Pada suhu *sintering* 1500 dan $1550^\circ C$ nilai kekerasan paling tinggi dialami komposisi 1 dengan komposisi MgO yang paling sedikit dan semakin banyak MgO yang ditambahkan nilai kekerasannya pun semakin rendah. Hal ini dapat terjadi karena aditif MgO yang ditambahkan memiliki titik lebur yang lebih tinggi ($2824^\circ C$) dibandingkan dengan alumina, sehingga penambahan MgO dalam jumlah yang banyak membutuhkan energi yang jauh lebih tinggi untuk proses pembentukan butirnya. Pada suhu *sintering* $1600^\circ C$ kekerasan tertinggi dialami oleh komposisi 3 yang memiliki kadar MgO yang paling tinggi. Penambahan MgO dengan kadar yang tinggi menyebabkan butiran yang seharusnya membesar tertahan, penghambatan pertumbuhan butir alumina dilakukan dengan cara menahan pergerakan batas butir alumina. Berbeda halnya dengan komposisi 2 yang memiliki nilai kekerasan yang paling kecil diantara komposisi lainnya, tingginya prosentase porositas dan kemungkinan tingginya kandungan fasa gelas yang dialami oleh komposisi 2 menjadi factor penyebab rendahnya nilai kekerasan pada komposisi 2. (Medvedovski, 2006; Mollá, 1996)

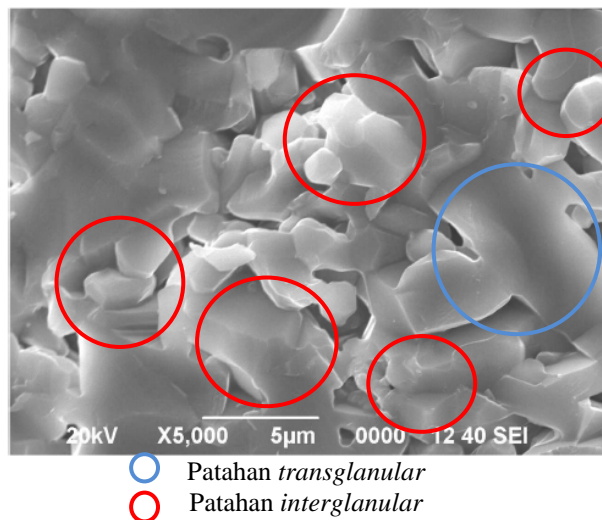


Gambar 3. Grafik kekerasan dan *fracture toughness*

Pengujian *fracture toughness* dilakukan dengan memberikan indentasi berlebih sehingga sampel mengalami retakan pada daerah indentasi. Pada gambar 3 terlihat bahwa nilai ketahanan retak mengalami peningkatan dengan bertambahnya suhu sinter. Hal tersebut dapat terjadi karena kepadatan yang meningkat dan penurunan porositas

yang terjadi seiring dengan meningkatnya suhu sinter. Nilai *fracture toughness* terbesar dialami oleh komposisi 3 pada suhu sintering 1600°C (6,67 Mpa.m^{1/2}), nilai tersebut lebih tinggi dibandingkan dengan nilai *fracture toughness* pada alumina komersil (2,69 MPa.m^{1/2}).

Gambar 4 memperlihatkan struktur morfologi hasil SEM komposisi 3 pada suhu *sintering* 1600°C. Pada gambar tersebut terlihat adanya leher diantara butiran struktur mikro, hal tersebut mengindikasikan bahwa proses *sinter* yang dilakukan telah tercapai pada suhu tersebut. Namun porositas yang terdapat pada sampel dengan jelas dapat diamati, hal tersebut relevan dengan proses sinterisasi yang tergolong masih tinggi yaitu 13,29%. Dari gambar patahan tersebut terlihat juga terlihat bahwa patahan yang terjadi berbentuk *intergranular* maupun *transgranular*. Pada gambar tersebut terlihat bahwa prosentase patahan *intergranular* lebih banyak jika dibandingkan dengan patahan *transgranular*. Patahan *intergranular* merupakan patahan yang rambatannya berliku-liku mengikuti batas butirnya, hal tersebut terjadi karena ikatan antar butirnya cenderung lebih lemah, akibatnya nilai *fracture toughness* pada sampel semakin tinggi sebab batas butir itu sendiri dapat menahan pergerakan rambatan. Berbeda dengan patahan *intergranular* patahan *transgranular* merambat melalui tengah butir sehingga retakan yang terjadi akan cenderung lebih panjang dan nilai *fracture toughness* yang didapat akan semakin rendah. Karena prosentase patahan *intergranular* yang lebih banyak maka tidak heran jika nilai *fracture toughness* yang didapat sangat tinggi, selain dari pada itu ada kemungkinan mekanisme penguatan yang terjadi akibat adanya efek defleksi. (Wang, et al, 2008; Alnahyan, 2011)



Gambar 4. Hasil SEM perbesaran 5000x sampel MgO 1,2wt% sintering 1600°C

Kesimpulan

Dari hasil penelitian Keramik Alumina dengan aditif MgO dan SiO₂ dengan metode metalurgi serbuk, maka dapat ditarik kesimpulan bahwa :

1. *Shrinkage*, densitas, kekerasan dan *fracture toughness* mengalami peningkatan seiring bertambahnya suhu *sinter*.
2. Porositas menurun seiring bertambahnya suhu *sinter*.
3. Nilai densitas dan kekerasan tertinggi serta porositas terendah dicapai pada sampel dengan aditif MgO 1.2 wt% SiO₂ 1 wt% pada suhu *sinter* 1600°C sebagai sampel dengan hasil terbaik pada penelitian ini.
4. Penambahan aditif MgO dan SiO₂ belum mampu memaksimalkan sifat fisis (densitas & porositas) yang dimiliki.

Ucapan Terimakasih

Ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya diucapkan kepada Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi atas dana riset yang telah diberikan melalui Program Rekomendasi Teknik Material Armor untuk Alutsista Tahun 2014, Sdr. Febri Rosandi mahasiswa Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Jakarta yang telah membantu dalam kegiatan riset ini.

Daftar Notasi

P = beban indentasi [N]

C = panjang retakan [m]

K_{ic} = ketangguhan retak [Mpa.m^{1/2}]

Daftar Pustaka



- Smallman, R.E. dan Bishop, R.J. *Metalurgi Fisik Moderen dan Rekayasa Material*. Edisi Terjemahan. Jakarta : Erlangga. (2000).
- Medvedovski, E., 2006, Alumina–mullite ceramics for structural applications, *Ceramics International* 32, 369–375.
- Akbar, M.R. et al. 2005, Determination of Sintering Mechanism and Grain Growth kinetics of MgO-Doped Al₂O₃, *Journal JTM* Vol. XII.
- Louet Nicolas. dkk., 2007, Sinterring Behaviour and microstructural evolution of ultrapure α -alumina containing low amounts of SiO₂, France : University de Lyon.
- Santiani, 2002, Pengaruh Penambahan MgO pada Sifat Fisik dan Mekani Kerami β – Al₂O₃, *Undergraduate Thesis*, Institut Pertanian Bogor, Bogor, Indonesia.
- Ramlan, 2010, Karakterisasi Keramik Na₂O - Al₂O₃ dengan Variasi MgO Sebagai Komponen Elektrolit Padat, *Jurnal Penelitian Sains*, 10:06-04.
- Wang, C-J., Huang, C-Y., dan Wu, Y-C., 2008, Two-step sintering of fine alumina-zirconia ceramics, *Ceramic international*.
- Alnahyan, 2011, Pengaruh Tekanan Kompaksi 100 dan 120 MPa, Penambahan Titania (TiO₂) 1w/o dan Magnesia (MgO) 1w/o Terhadap Susut Bakar, Kekerasan, dan Fracture Toughness Sistem Keramik Alumina (Al₂O₃) dengan Metode Powder Pressing, *Undergraduate Thesis*, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia.
- J.Mollá, R. Moreno and A.Ibarra, Effect of Mg doping on dielectric properties of alumina, *Journal of Applied Physics* 80, 1028, 1996.
- Forrester, J.S., et al., 2008, Effect of Mechanical Milling on the Sintering Behaviour of Alumina, *J. Aust. Ceram. Soc.* 44, 47-52.
- Susetyaningsih, Retno. Kismolo, Endro dan Tri Basuki, 2005, Pengaruh Penambahan Mgo Pada Peningkatan Kualitas Lempung Kasongan Untuk Immobilisasi Lumpur Limbah Pb Menggunakan Teknologi Keramik". Seminar Nasional iv SDM Teknologi Nuklir, Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan. Yogyakarta.
- J.J. Gerard. *Alumina: Sintering and Optical Properties*. (1977) .
- Abdullah, Mikrajudin dan Khairurrijal, 2009, Review: Karakterisasi Nano Material, Fakultas Mipa ITB.
- Auerkari, Pertti, 1996, *Mechanical and Physical Properties of Engineering Alumina Ceramics*. Manufacturing Technology. Finland : Technical Research Centre Of Finland.
- Sathiyakumar. S dan Gnanam F.G, 2002, Influence of Additive on Density, Microstructure and Mechanical Properties of Alumina. India : Centre for Ceramic Technology, Anna University, Chennai, Tamil Nadu.
- Sihole, Marlon, 2008, Analisis Pengaruh Penambahan Mullite Al₂O₃.2SiO₂ dan Variasi Suhu Sintering Terhadap Karakteristik Keramik Al₂O₃ Dengan Simulasi Program Matlab. Tesis Universitas Sumatera Utara.





Lembar Tanya Jawab

Moderator : Suhartono (Universitas Jenderal Ahmad Yani Bandung)

Notulen : Handrian (Teknik Kimia UPN "Veteran" Yogyakarta)

1. Penanya : Adi Ilcham (Teknik Kimia UPN "Veteran" Yogyakarta)
Pertanyaan :
 - Suhu sintering terbaik pada kisaran berapa? Karena secara teori makin tinggi suhu sintering maka makin keras keramik ini.
 - Bagaimana penjelasannya bahwa kekerasan keramik sebanding dengan besarnya suhu?Jawaban :
 - Pada suhu 1600°C, kekuatan bahan kami sudah lulus uji tembak 100 meter di PT. Pindad
 - Produk akhir mengacu pada *benchmark* material reverse dengan nilai kekerasan kurang lebih 1200 HVN pada suhu yang lebih tinggi

2. Penanya : Suhartono (Universitas Jenderal Ahmad Yani Bandung)
Pertanyaan :
 - Bagaimana pengaruh aditif terhadap diagram fasenya?
 - Bagaimana hubungan suhu sintering dengan sifat produk?Jawaban :
 - Diagram fase sebagai dasar, namun berbeda diagramnya jika menggunakan aditif yang berbeda.
 - Semakin tinggi suhu, semakin tinggi pula kekerasan.

